

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭58—213099

⑤ Int. Cl.³
C 11 D 3/10
11/02

識別記号

庁内整理番号
6660—4H
6660—4H

④ 公開 昭和58年(1983)12月10日

発明の数 1
審査請求 未請求

(全 9 頁)

④ 衣料用粉末洗剤の製造方法

② 特 願 昭57—97094
② 出 願 昭57(1982)6月7日
⑦ 発 明 者 松本忠雄
千葉県畑町662—214

⑦ 発 明 者 村田守康
千葉県磯辺64—95
⑦ 出 願 人 花王石鹼株式会社
東京都中央区日本橋茅場町1丁
目14番10号
④ 代 理 人 弁理士 古谷馨

明 細 書

1. 発明の名称

衣料用粉末洗剤の製造方法

2. 特許請求の範囲

- 1 噴霧乾燥された粉末洗剤生地に対し、下記の粉末特性を有する炭酸ソーダを、前者60～95重量部に対し40～5重量部の割合で混合することを特徴とする衣料用粉末洗剤の製造方法。

i) 見掛け比重 0.25 g/ml～0.7 g/ml

ii) 平均粒径 250 μm～600 μm

iii) 粒径分布 125 μm以下が20重量%以下

- 2 粉末洗剤生地中の炭酸ソーダ含量が10重量%以下である特許請求の範囲第1項記載の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は衣料用の重質粉末洗剤の製造方法に関する。更に詳しくは、噴霧乾燥された洗剤生地に対し、見掛け比重、平均粒径及び粒径分布が特定された炭酸ソーダを後から混合する事によ

つて、得られる洗剤の耐ケーキング性を向上し、炭酸ソーダと洗剤生地との分級乃至分離を防止する衣料用粉末洗剤の製造方法に関する。

一般に、衣料用の重質粉末洗剤は、各種の界面活性剤、有機、無機のビルダー成分、再汚染防止剤、螢光染料、顔料、及びその他の熱安定性のある添加剤群から選ばれた原料を所定量計量し、一旦、スラリーにして均一に混合後、噴霧乾燥し、更に、香料、酵素、漂白剤、粒子表面改質剤、その他を添加、混合し、製品化される。

かかる粉末洗剤についての重要な検討項目としては、洗浄力等の洗滌に関わる性能と共に、製品の粉末特性、例えば粒度、比重、耐ケーキング性等が、消費者にとつての使用性の面から極めて重要であり、両者のバランスされた性能向上が望まれる。

しかしながら、粉末洗剤は多成分よりなる粉体系であるため、洗浄性能、粉末特性をともに高い水準に保つた製品を得ることは容易でなく、

配合組成など製造技術の改良を重ねられているが、なお十分なものでない。ことに最近の無リン化、低リン化洗剤における技術確立は極めて不十分であり、なかでも耐ケーキング性の向上は大きな技術課題となつてゐる。

かかる実情において、本発明の目的とする所は洗淨力を低下させることなく、粉末洗剤の耐ケーキング性改良に関する新たな製造技術を提供するにある。

本発明者等は粉末洗剤のケーキング性の原因について種々検討を重ねてきたが、従来工業的には製造されていなかつた特定の粉末特性を有する炭酸ソーダ(ソーダ灰)を噴霧乾燥された洗剤生地に対しアフターブレンドすることにより洗剤組成物を製造すれば得られる粉末洗剤の耐ケーキング性等の物性が著しく向上した均一な洗剤組成物を得ることを見出して本発明に到つたものである。

本発明の製造方法によれば、得られた洗剤粉末のケーキング、即ち製品を製造後、消費者が

使用する迄の期間中に粉末が固化する現象を防ぎ、更に、消費者が使用する際に、炭酸ソーダ粒子と洗剤生地との分級が起りにくいこと、消費者が包装容器から取り出し易く、しかも常に組成が一定しているため、安定した洗淨性能を保障した洗剤を提供することができる。

ここで「分級」とは、洗剤組成物中でその構成成分たる炭酸ソーダ粒子と洗剤生地粒子の分布状態が均一でないことをいう。以下同様の意味でこの用語を使用する。

本発明に於ては噴霧乾燥された洗剤生地中に含まれる炭酸ソーダの配合量は10重量%以下とし、この生地60~95重量部に対し、見掛け比重が0.25~0.7 g/mlの範囲で、平均粒径が250 μ m以上600 μ m以下、しかも、粒径125 μ m以下の微粉末が20 wt%以下である炭酸ソーダを5~40重量部の範囲で混合して衣料用粉末洗剤が製造される。この様にして得られた粉末洗剤は耐ケーキング性に優れ、しかも製造工程、輸送過程、並びに消費者の使用時における、炭

酸ソーダと洗剤生地との分級が著しく抑えられるのである。

一方、従来より、工業的に生産され、洗剤製造に使用されてきた重灰、軽灰等の炭酸ソーダを用いる時は、耐ケーキング性の向上はみられるが、炭酸ソーダと洗剤生地との分級が起り、実用に供し得るものではない。

又、洗剤の洗淨力向上をはかるにはアルカリ剤添加量を上げることが有効であり、且つ経済的、性能的にも好ましいが、その場合に於て、本発明の有用性は特に高くなる。

本発明における衣料用洗剤組成物は以下に掲げる洗剤成分を含有し得るが、これらについては特に限定は付されず、目的に応じた配合がなされてよい。又、これらの成分中、任意の成分を噴霧乾燥生地へ配合したり、あるいは原料をそのまま、あるいは造粒、コーティングを行つて噴霧乾燥生地と混合しても良い。

(1) 界面活性剤

- 1) 平均炭素数10~16のアルキル基を有

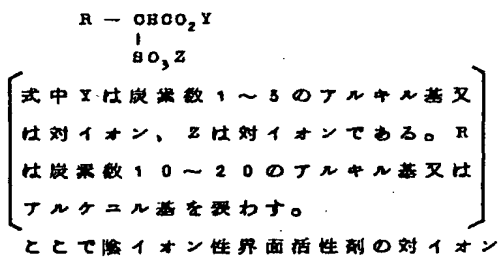
する直鎖又は分枝鎖アルキルベンゼンスルホン酸塩

- 2) 平均炭素数10~20の直鎖又は分枝鎖のアルキル基又はアルケニル基を有し、1分子内に平均0.5~8モルのエチレンオキサイドあるいはプロピレンオキサイドあるいはブチレンオキサイドあるいはエチレンオキサイド/プロピレンオキサイド=0.1/9.9~9.9/0.1の比であるいはエチレンオキサイド/ブチレンオキサイド=0.1/9.9~9.9/0.1の比で付加したアルキル又はアルケニルエーテル硫酸塩
- 3) 平均炭素数10乃至20のアルキル基又はアルケニル基を有するアルキル又はアルケニル硫酸塩
- 4) 平均10~20の炭素原子を1分子中に有するオレフィンスルホン酸塩
- 5) 平均10~20の炭素原子を1分子中に有するアルカンスルホン酸塩
- 6) 平均10~24の炭素原子を1分子中に

有する飽和又は不飽和脂肪酸塩

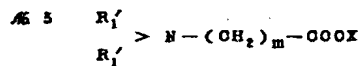
- 7) 平均炭素数10～20のアルキル基又はアルケニル基を有し、1分子中に平均0.5～8モルのエチレンオキサイドあるいはプロピレンオキサイドあるいはブチレンオキサイドあるいはエチレンオキサイド/プロピレンオキサイド=0.1/9.9～9.9/0.1の比であるいはエチレンオキサイド/ブチレンオキサイド=0.1/9.9～9.9/0.1の比で付加したアルキル又はアルケニルエーテルカルボン酸塩

- 8) 下記の式で表わされる α -スルホ脂肪酸塩又はエステル

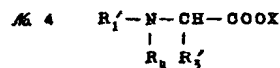


- 7 -

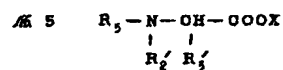
(R'_1 , R'_2 及び X は前述の通り。n は1～5の整数を示す。)



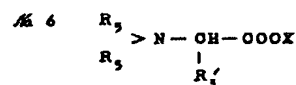
(R'_1 は前述の通り。m は1～8の整数を示す。)



(R'_1 , R'_3 及び X は前述の通り。 R_2 は、水素又は炭素数1～2のアルキル又はヒドロキシアルキル基を示す。)



(R'_2 , R'_3 及び X は前述の通り。 R_3 は炭素数6～28の β -ヒドロキシアルキル又は β -ヒドロキシアルケニル基を示す。)

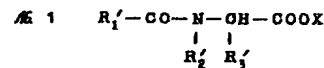


(R'_3 , R_3 及び X は前述の通り。)

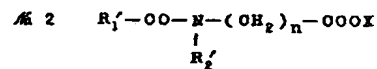
- 9 -

としてはナトリウム、カリウム等のアルカリ金属イオン、カルシウム、マグネシウム等のアルカリ土類金属イオン、アンモニウムイオン、炭素数2又は3のアルカノール基を1～3個有するアルカノールアミン(例えばモノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミンなど)を挙げることができる。

- 9) 下記一般式で表わされるアミノ酸型界面活性剤



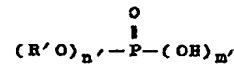
(ここで R'_1 は炭素数8～24のアルキル又はアルケニル基を、 R'_2 は水素又は炭素数1～2のアルキル基を、 R'_3 はアミノ酸残基を、Xはアルカリ金属又はアルカリ土類金属イオンを示す。)



- 8 -

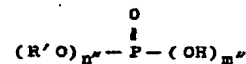
- 10) リン酸エステル系活性剤

- 底 1 アルキル(又はアルケニル)酸性リン酸エステル



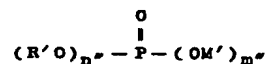
(R' は炭素数8～24のアルキル基、又はアルケニル基、 $n'+m'=5$, $n'=1\sim 2$)

- 底 2 アルキル(又はアルケニル)リン酸エステル



(R' は前述の通り、 $n''+m''=5$, $n''=1\sim 3$)

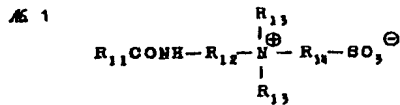
- 底 3 アルキル(又はアルケニル)リン酸エステル塩



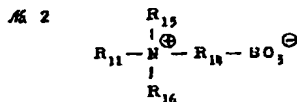
(R' , n'' , m'' は前述の通り、 M' はNa, K, Ca)

- 10 -

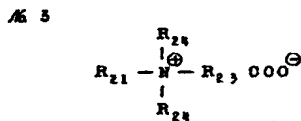
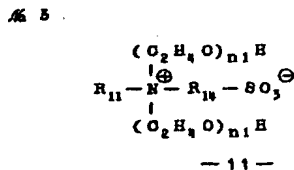
- 11) 下記一般式で示されるスルホン酸型両性界面活性剤



(ここで R_{11} は炭素数 8 ~ 24 のアルキル又はアルケニル基、 R_{12} は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、 R_{13} は炭素数 1 ~ 5 のアルキル基、 R_{14} は炭素数 1 ~ 4 のアルキル又はヒドロキシアルキル基を示す。)



(ここで R_{11} 及び R_{16} は前述の通り、 R_{15} 、 R_{16} は炭素数 8 ~ 24 又は 1 ~ 5 のアルキル又はアルケニル基を示す。)

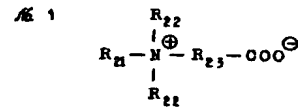


(ここで R_{21} 及び R_{23} は前述の通り。 R_{24} は炭素数 2 ~ 5 のカルゴキシアルキル又はヒドロキシアルキル基を示す。)

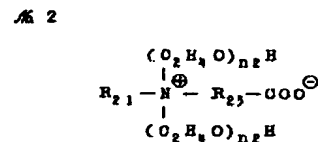
- 13) 平均炭素数 10 ~ 20 のアルキル基又はアルケニル基を有し、1 ~ 20 モルのエチレンオキシドを付加したポリオキシエチレンアルキル又はアルケニルエーテル
- 14) 平均炭素数 6 ~ 12 のアルキル基を有し、1 ~ 20 モルのエチレンオキシドを付加したポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル
- 15) 平均炭素数 10 ~ 20 のアルキル基又はアルケニル基を有し、1 ~ 20 モルのプロピレンオキシドを付加したポリオキシプロピレンアルキル又はアルケニルエーテル
- 16) 平均炭素数 10 ~ 20 のアルキル基又は

(ここで R_{11} 及び R_{14} は前述の通り。 n_1 は 1 ~ 20 の整数を示す。)

- 12) 下記一般式で示されるベタイン型両性活性剤



(ここで R_{21} は炭素数 8 ~ 24 のアルキル又はアルケニル又は β -ヒドロキシアルキル又は β -ヒドロキシアルケニル基、 R_{22} は炭素数 1 ~ 4 のアルキル基、 R_{23} は炭素数 1 ~ 6 のアルキル又はヒドロキシアルキル基を示す。)

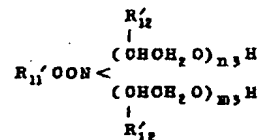


(ここで R_{21} 及び R_{23} は前述の通り。 n_2 は 1 ~ 20 の整数を示す。)

- 12 -

アルケニル基を有し 1 ~ 20 モルのブチレンオキシドを付加したポリオキシブチレンアルキル又はアルケニルエーテル

- 17) 平均炭素数 10 ~ 20 のアルキル基又はアルケニル基を有し、総和で 1 ~ 50 モルのエチレンオキシドとプロピレンオキシドあるいはエチレンオキシドとブチレンオキシドを付加した非イオン性活性剤 (エチレンオキシドとプロピレンオキシド又はブチレンオキシドとの比は 0.1 / 9.9 ~ 9.9 / 0.1)
- 18) 下記一般式で表わされる高級脂肪酸アルカノールアミド又はそのアルキレンオキシド付加物



(式中 R_{11}' は炭素数 10 ~ 20 のアルキル

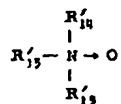
- 14 -

基、又はアルケニル基であり、 R'_{12} はH又は OH_2 であり、 n_3 は1~5の整数、 m_3 は0~5の整数である。)

19) 平均炭素数10~20の脂肪酸とシロ糖から成るシロ糖脂肪酸エステル

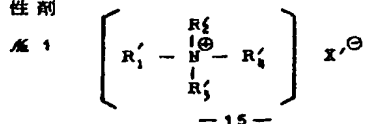
20) 平均炭素数10~20の脂肪酸とグリセリンから成る脂肪酸グリセリンモノエステル

21) 下記の一般式で表わされるアルキルアミノキサイド



〔式中 R'_{13} は炭素数10~20のアルキル基又はアルケニル基であり、 R'_{14} , R'_{15} は炭素数1~5のアルキル基である。〕

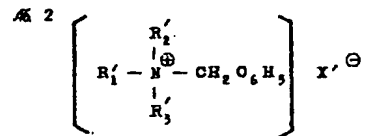
22) 下記の一般式で示されるカチオン界面活性剤



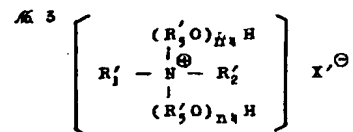
下記の各種アルカリ金属塩、アルカノールアミン塩の1種又は2種以上のビルダー成分を0~50重量%含有することもできる。

- 1) オルソリン酸塩、ピロリン酸塩、トリポリリン酸塩、メタリン酸塩、ヘキサメタリン酸塩、フィテン酸塩等のリン酸塩。
- 2) エタン-1,1-ジホスホン酸、エタン-1-ヒドロキシ-1,1-ジホスホン酸及びその誘導体、エタンヒドロキシ-1,1,2-トリホスホン酸、エタン-1,2-ジカルボキシ-1,2-ジホスホン酸、メタンヒドロキシホスホン酸等のホスホン酸塩。
- 3) 2-ホスホノブタン-1,2-ジカルボン酸、1-ホスホノブタン-2,3,4-トリカルボン酸、 α -メチルホスホノコハク酸等のホスホノカルボン酸塩。
- 4) アスパラギン酸、グルタミン酸等のアミノ酸塩。
- 5) ニトリロ三酢酸塩、エチレンジアミン四

(ここで R'_1 , R'_2 , R'_3 , R'_4 のうち少なくとも1つは炭素数8~24のアルキル又はアルケニル基、他は炭素数1~5のアルキル基を示す。 X' はハロゲンを示す。)



(ここで R'_1 , R'_2 , R'_3 及び X' は前述の通り。)



(ここで R'_1 , R'_2 及び X' は前述の通り。 R'_5 は炭素数2~5のアルキレン基、 n_4 は1~20の整数を示す。)

上記の界面活性剤の1種以上を組成物中に

10重量%以上含有するのが好ましい。

(2) 二価金属イオン捕捉剤

酢酸塩、ジエチレントリアミン五酢酸塩等のアミノポリ酢酸塩。

- 6) ポリアクリル酸、ポリアコユット酸、ポリイタコン酸、ポリシトラコン酸、ポリフマル酸、ポリマレイン酸、ポリメタコン酸、ポリ- α -ヒドロキシアクリル酸、ポリビニルホスホン酸、スルホン化ポリマレイン酸、無水マレイン酸-ジイソブチレン共重合体、無水マレイン酸-スチレン共重合体、無水マレイン酸-メチルビニルエーテル共重合体、無水マレイン酸-エチレン共重合体、無水マレイン酸-エチレンクロスリンク共重合体、無水マレイン酸-酢酸ビニル共重合体、無水マレイン酸-アクリロニトリル共重合体、無水マレイン酸-アクリル酸エステル共重合体、無水マレイン酸-ブタジエン共重合体、無水マレイン酸-イソブレン共重合体、無水マレイン酸と一酸化炭素から誘導されるポリ- β -ケトカルボン酸、イタコン酸-エチレン共重合体、イ

タコン酸-アコユット酸共重合体、イタコン酸-マレイン酸共重合体、イタコン酸-アクリル酸共重合体、マロン酸-メチレン共重合体、メタコン酸-フマル酸共重合体、エチレングリコール-エチレンテレフタレート共重合体、ビニルピロリドン-酢酸ビニル共重合体、1-ブテン-2,3,4-トリカルボン酸-イタコン酸-アクリル酸共重合体、第四アンモニウム基を有するポリエステルポリアルデヒドカルボン酸、エポキシコハク酸の α is-異性体、ポリ[N,N-ビス(カルボキシメチル)アクリルアミド]、ポリ(オキシカルボン酸)、デンプンコハク酸あるいはマレイン酸あるいはテレフタル酸エステル、デンプンリン酸エステル、ジカルボキシデンプン、ジカルボキシメチルデンプン、セルロースコハク酸エステルなどの高分子電解質。

- 7) ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、冷水可

-19-

ルボン酸、ブタン-1,4-ジカルボン酸、シユウ酸、スルホコハク酸、デカン-1,10-ジカルボン酸、スルホトリカルバリル酸、スルホイタコン酸、リンゴ酸、オキシジコハク酸、グルコン酸、OMOB、ビルダーMなどの有機酸塩。

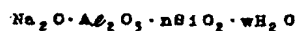
- 9) アルミノケイ酸塩

例1 次式で示される結晶性アルミノケイ酸塩



(式中、 M' はアルカリ金属原子、 M'' はカルシウムと交換可能なアルカリ土類金属原子、 x' , γ' , w' は各成分のモル数をあらわし、一般的には、 $0.7 \leq x' \leq 1.5$ 、 $0.8 \leq \gamma' \leq 6$ 、 w' は任意の正数である。)

例2 洗淨剤ビルダーとしては、特に次の一般式で示されるものが好ましい。



(ここで、 n は1.8~5.0、 w は1~6の数を表わす。)

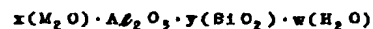
-21-

溶性ウレタン化ポリビニルアルコールなどの非解離高分子。

- 8) シグリコール酸、オキシジコハク酸、カルボキシメチルオキシコハク酸、シクロペンタン-1,2,3,4-テトラカルボン酸、テトラヒドロフラン-1,2,3,4-テトラカルボン酸、テトラヒドロフラン-2,2,5,5-テトラカルボン酸、クエン酸、乳酸、酒石酸、シロ糖、ラクトース、ラフィノースなどのカルボキシメチル化物、ペンタエリスリトールのカルボキシメチル化物、グルコン酸のカルボキシメチル化物、多価アルコールあるいは糖類と無水マレイン酸あるいは無水コハク酸との縮合物、オキシカルボン酸と無水マレイン酸あるいは無水コハク酸との縮合物、メリット酸で代表されるベンゼンポリカルボン酸、エタン-1,1,2,2-テトラカルボン酸、エタン-1,1,2,2-テトラカルボン酸、ブタン-1,2,3,4-テトラカルボン酸、プロパン-1,2,3-トリカ

-20-

例3 次式で示される無定形アルミノケイ酸塩



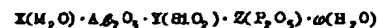
(式中、 M はナトリウム及び/又はカリウム原子を表わし、 x , γ , w は次の数値範囲内にある各成分のモル数を表わすものである。

$$0.7 \leq x \leq 1.2$$

$$1.6 \leq \gamma \leq 2.8$$

w は0を含む任意の正数)

例4 次式で示される無定形アルミノケイ酸塩



(式中、 M は Na 又は K を、 x , γ , z , ω は次の数値の範囲内にある各成分のモル数を表わす。

$$0.20 \leq x \leq 1.10$$

$$0.20 \leq \gamma \leq 4.00$$

$$0.001 \leq z \leq 0.80$$

ω : 0を含む任意の正数)

-22-

〔3〕アルカリ剤あるいは無機電解質

更にアルカリ剤あるいは無機電解質として次に示すものの各種のアルカリ金属塩の1種又は2種以上を組成物中1～50重量％、好ましくは5～30重量％含有することができる。ケイ酸塩、硫酸塩。又、有機アルカリ剤として、トリエタノールアミン、ジエタノールアミン、モノエタノールアミン、トリイソプロパノールアミンなど。

〔4〕再汚染防止剤

更に再汚染防止剤として次に示す化合物の1種又は2種以上を組成物中に0.1～5％含有することができる。ポリエチレングリコール、ポリビニルアルコール、ポリビニルピロリドン、カルボキシメチルセルロースなど。

〔5〕漂白剤

過炭酸ソーダ、過水酸化ソーダ、硫酸ナトリウム過酸化水素付加体、塩化ナトリウム過酸化水素付加体など。

〔6〕酵素（本来の酵素作用を洗浄工程中になす

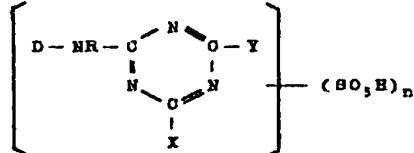
-23-

ぜ、サツカラーゼ、アミラーゼ、ペクチナーゼ、リゾチーム、 α -グリコシダーゼ及び β -グリコシダーゼが挙げられる。

〔7〕香味付剤

各種の香味付剤も必要に応じて配合できる。

例えば次の構造のものが奨用される：



（式中Dは青色乃至紫色のモノアゾ、ジスアゾ又はアントラキノン系色素残基を表わし、X及びYは水酸基、アミノ基、水酸基、スルホン酸基、カルボン酸基、アルコキシ基で置換されていることもある脂肪族アミノ基、ハロゲン原子、水酸基、スルホン酸基、カルボン酸基、低級アルキル基、低級アルコキシ基で置換されていることもある芳香族アミノ基又は環状脂肪族アミノ基である。Rは水素原子又は低級アルキル基である。ただし、Rが

-25-

酵素である。）

酵素の反応性から分類すると、ヒドロラーゼ類、ヒドラーゼ類、オキシドレダクターゼ類、デスモラーゼ類、トランスフェラーゼ類及びイソメラーゼ類が挙げられるが、本発明にはいずれも適用できる。特に好ましいのはヒドロラーゼ類であり、プロテアーゼ、エステラーゼ、カルボヒドラーゼ及びヌクレアーゼが含まれる。

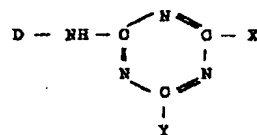
プロテアーゼの具体例は、ペプシン、トリプシン、キモトリプシン、コラーゲナーゼ、クラチナーゼ、エラスターゼ、スプタリシン、B P B、パパイン、プロメルリン、カルボキシペプチターゼA及びB、アミノペプチターゼ、アスパルギロペプチターゼA及びBである。

エステラーゼの具体例は、ガストリソクリパーゼ、パンクレアチソクリパーゼ、植物リパーゼ類、ホスホリパーゼ類、コリンエステラーゼ類及びホスホターゼ類がある。

カルボヒドラーゼは、セルラーゼ、マルター

-24-

水素原子を換わす場合であつて①X及びYが同時に水酸基又はアルカノールアミノ基を表わす場合並びに②X及びYのいずれか一方が水酸基であり、他方がアルカノールアミノ基である場合を除く。nは2以上の整数を表わす。）



（式中、Dは青色乃至紫色のアゾ又はアントラキノン系色素残基を表わし、X及びYは同一又は相異なるアルカノールアミノ残基又は水酸基を表わす。）

〔8〕ケーキング防止剤

バタールエンスルホン酸塩、キシレンスルホン酸塩、酢酸塩、スルホコハク酸塩、タルク、微粉末シリカ、粘土、カルシウム-シリケート（例えばJohns Manville社のマイクロセルなど）、酸化マグネシウム等。

-26-

〔9〕酸化防止剤

第3ブチルヒドロキシトルエン、4,4'-ブチリデンビス-(6-第3ブチル-5-メチルフエノール)、2,2'-ブチリデンビス-(第3ブチル-4-メチルフエノール)、モノステレン化クレゾール、ジステレン化クレゾール、モノステレン化フェノール、ジステレン化フェノール、1,1'-ビス-(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキササン等の酸化防止剤。

〔10〕蛍光染料

4,4'-ビス-(2-スルホステリル)-ビフェニル塩、4,4'-ビス-(4-クロロ-3-スルホステリル)-ビフェニル塩、2-(ステリルフエニル)ナフトチアゾール誘導体、4,4'-ビス(トリアゾール-2-イル)ステルベン誘導体、ビス(トリアジニルアミノ)ステルベンジスルホン酸誘導体、の一種又は2種以上を、組成物中に0~1重量%含有することができる。

- 27 -

〔11〕光活性化漂白剤

スルホン化アルミニウムフタロシアニン、スルホン化亜鉛フタロシアニンの一種又は二種を組成物中に0~0.2重量%含有することができる。

〔12〕香料

商品価値を高めるために香料を添加してもよい。

以下、本発明を実施例をもつて詳述するが、本発明は以下の実施例によつて限定されるものではない。

実施例1~4及び比較例1~4

表1に示す各種配合の洗剤を製造した。

- 28 -

表 1

成分	比較例1	実施例1	実施例2	実施例3	比較例2	比較例3	比較例4	実施例4
LA 6 (Act.)	15%	15	15	15	15	15	14	14
A 8 (Act.)	5	5	5	5	5	5	6	6
石けん (Act.)	1	1	1	1	1	1	1	1
B T P	17	17	17	17	17	17	0	0
ゼオライト	0	0	0	0	0	0	0	0
2号珪藻土	8	8	8	8	8	8	20	20
消泡剤	1	1	1	1	1	1	8	8
蛍光染料	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
水	8	7.4	6.8	5.2	6.8	6.8	5	4.25
炭酸ソーダ (重灰)	15	5	0	0	0	0	15	0
本発明品	0	10	15	35	0	0	0	15
重灰	0	0	0	0	15	0	0	0
軽灰	0	0	0	0	0	15	0	0

- 29 -

ここで、噴霧乾燥した生地水分は、実施例1~5及び比較例1~5では8%、実施例4及び比較例4は5%に調整した。又、生地の比重は $0.28 \text{ g/ml} \pm 0.01 \text{ g/ml}$ の範囲に、同じく生地の平均粒径は $560 \pm 60 \mu\text{m}$ の範囲にあつた。後添加した本発明品及び重灰、軽灰の炭酸ソーダの物性を表2に示す。尚、重灰、軽灰はJIS K 1201の規格を満たすものである。又、見掛け比重は、JIS K-5562の方法に依つて測定した。

表 2

	本発明品	重 灰	軽 灰
見掛け比重 (g/ml)	0.57	1.11	0.56
平均粒径 (μm)	260	270	100
微粉量 (125 μm 以下のwt%)	6	6	68

1) ケーキングテスト

上記実施例及び比較例の洗剤を、夫々防湿処理をほどこしていない、洗剤用カートンに

- 816 -

- 30 -

2.65gずつ包装し、30℃、80%RHに調整された部屋に静置した。一定期間放置後、静かにカートンを開き、目盛り5mmの筋によつて、5mm以上に固結した洗剤の重量比を求め、ケーキングのし易さを比較した。その結果を表3に示す。

表 3 ケーキング性（固結発生量）

番 号	20日					40日				
	比較例 1	実施例 1	比較例 2	実施例 2	比較例 3	比較例 4	実施例 4	比較例 5	実施例 5	比較例 6
20日	40%	6%	2%	2%	10%	11%	58%	13%	87%	45%
40日	70	20	12	13	31	36				

- 51 -

表3から容易にわかるように、比較例1～3のものと比較すると実施例1～3のものは耐ケーキング性が相対的に改善されている事がわかる。又、無磷洗剤である実施例4と比較例4の比較においても、本発明のものは良好な耐ケーキング性を示すことがわかる。

2) 分級テスト

実施例2及び3、並びに比較例1～3の洗剤各2.65gを、洗剤用カートンに包装する。消費者の使用状態に合わせるためカートン上部の規定の振出口よりカートンを傾けて一回使用量(40g)の洗剤を取り出す。その後、カートンを正立させる。この操作を繰り返し、カートン内の全ての洗剤を66の区分に分割する。次に各区分試料の炭酸ソーダ含量を分析して求め、そのバラツキから分級の程度を比較した。その結果を表4に示す。

- 53 -

表 4

番 号	比較例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 2	比較例 3
平均値 (x̄)	15.1%	15.8%	35.5%	16.5%	15.6%
標準偏差 (σ)	21%	2.5%	6.0%	5.7%	4.9%
変動係数 * (%)	13.0	14.6	16.9	35.0	31.4

$$* \text{変動係数} = \frac{\sigma}{\bar{x}} \times 100 (\%)$$

表4からわかるように、実施例2及び3の本発明品と比較例1～3のものの標準偏差を比較すると、明らかに本発明品の値が小さく、これは分級によるバラツキが小さい事を示している。

出願人代理人 古 谷 肇